



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원 번호 : 10-2002-0066592
Application Number

출원 년 월 일 : 2002년 10월 30일
Date of Application OCT 30, 2002

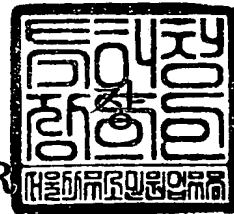
출원인 : 학교법인 한양학원
Applicant(s) HANYANG HAK WON CO., LTD.



2003 년 10 월 06 일

특 허 청

COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2002. 10. 30
【발명의 명칭】	양자점 형성방법
【발명의 영문명칭】	Method for synthesizing quantum dot
【출원인】	
【성명】	김영호
【출원인코드】	4-2000-015376-3
【대리인】	
【성명】	임재룡
【대리인코드】	9-1998-000433-8
【포괄위임등록번호】	2002-080221-4
【발명자】	
【성명】	김영호
【출원인코드】	4-2000-015376-3
【발명자】	
【성명의 국문표기】	박환필
【성명의 영문표기】	PARK, HWAN PIL
【주민등록번호】	761030-1648311
【우편번호】	503-330
【주소】	광주광역시 남구 진월동 진아 하이빌 101동 1203호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	전형준
【성명의 영문표기】	JEON, HYOUNG JUN
【주민등록번호】	751013-1932116
【우편번호】	140-901
【주소】	서울특별시 용산구 후암동 358-34번지
【국적】	KR

【발명자】

【성명의 국문표기】

정윤

【성명의 영문표기】

CHUNG, YOON

【주민등록번호】

570412-1023215

【우편번호】

138-160

【주소】

서울특별시 송파구 가락동 동부 센트레빌 104동 1401호

【국적】

KR

【심사청구】

청구

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인
임재룡 (인)

【수수료】

【기본출원료】

15 면 29,000 원

【가산출원료】

0 면 0 원

【우선권주장료】

0 건 0 원

【심사청구료】

5 항 269,000 원

【합계】

298,000 원

【감면사유】

개인 (70%감면)

【감면후 수수료】

89,400 원

【첨부서류】

1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】

【요약】

본 발명은 양자점 형성방법에 관한 것으로서, (a) 금속박막층을 기판 상에 증착하는 단계; (b) 상기 기판 상에 증착된 금속박막층 위에 절연체전구체를 코팅하여 형성하는 단계; 및 (c) 상기 금속박막층 및 절연체전구체가 순차적으로 적층된 기판을 관상로에서 단계적으로 최고온도가 200℃ 내지 500℃가 되도록 열처리하여 금속산화물 양자점을 형성하는 단계; 를 포함한다.

바람직하게는 상기 금속박막층의 금속은 구리, 아연, 주석, 코발트, 철, 카드뮴, 인듐, 니켈, 텅스텐, 비스무트로 이루어지는 군으로부터 선택된다.

바람직하게는 상기 절연체전구체는 폴리아믹산 및 아크릴릭산 중 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 한다.

바람직하게는 상기 (c) 단계 이전에 금속박막층 및 절연체전구체가 순차적으로 적층된 기판을 80℃ 내지 150℃로 중간 열처리를 수행하는 단계를 더 포함한다.

바람직하게는 상기 (a) 단계이전에, 절연체전구체와 용매를 혼합한 용액을 상기 기판 상에 스핀 코팅 방법으로 증착한 후, 80℃ 내지 150℃로 제 2 중간 열처리를 수행하는 단계를 더 포함한다.

【대표도】

도 6

【색인어】

나노, 양자점, 절연체전구체, 폴리이미드

【명세서】**【발명의 명칭】**

양자점 형성방법{Method for synthesizing quantum dot}

【도면의 간단한 설명】

도 1(a) 내지 도1(c) 는 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법의 각 공정을 나타내는 단면도.

도 2 은 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 구리산화물 양자점의 실제 사진도.

도 3 는 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 아연산화물 양자점의 실제 사진도.

도 4 는 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 철산화물 양자점의 실제 사진도.

도 5 은 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 주석산화물 양자점의 실제 사진도.

도 6 는 본 발명의 또 다른 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 다층박막의 단면도.

**【발명의 상세한 설명】****【발명의 목적】****【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】**

- <7> 본 발명은 양자점 형성방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 절연체전구체와 금속을 반응시켜 금속이 용해된 전구체를 제조한 후, 박막의 열처리 과정 중에서 반응하여 생성되는 나노 크기를 가지는 산화물의 석출에 의해 미세하고 균일한 산화물의 양자점을 형성하는 방법에 관한 것이다.
- <8> 상기 양자점이란, 물질이 수십 나노미터 크기를 가지게 되면 양자 효과(Quantum effect)라는 새로운 물성을 보이게 되는데 이러한 양자효과를 나타내는 물리학적 소단위체를 의미한다.
- <9> 종래 양자점 형성방법에 대하여는 (i) 생성된 양자점들의 위치에 따라, 기판 위에 양자점을 형성, 성장 [GaAs 기판 위에 InAs, InP 기판 위에 InAs를 성장] 시키는 방법과, (ii) 기판 또는 절연체 박막 내에 형성하는 방법과, (iii) 기판 위에 양자점을 선택된 영역에만 형성시킨 후 그 위에 다층의 박막(Multi-Layer Thin Film)을 입히는 방법과, (iv) 기존의 스퍼터와 진공 증발 증착법, 화학 기상 증착법, 에피택시 방법을 그대로 사용하면서 입자의 크기와 분포상태 그리고 응집이 일어나는 효과를 최소화하려는 노력을 하고 있으며 공정 중에 생기는 문제점들을 해결, 응용하는 방법과, (v) 전구체를 기상화 시켜 열증발을 이용한 불활성기체응축 방법과, (vi) Microwave Plasma, Laser Ablation을 이용하는 기상합성 방법과, (vii) 금속 유기물을 연소화염이나 Hot-Wall Reactor를 이용하여 분해 합성하는 화학 기상 응축공정을 이용한 방법과, (viii) 에어 졸 분사 방법을 응용하여 상압 혹은 낮은 진공도에서 금속/합금, 세라

믹 나노 분말뿐만 아니라, 코팅 혹은 도핑형태의 나노 복합분말, 또는 기판에 직접 분사 시켜 다량의 또한 좁은 밀도 분포를 갖는 나노 입자를 포함하는 재료를 제조하는 방법과, (ix) 형광체 입자 사이의 응집을 방지하고 전구체를 제조하여 핵 성장에 의하여 조립, 성장 시키는 것으로 용매의 존재 하에서 형광체 원료 물질의 수용액과 발광 효과를 갖는 금속을 포함하는 화합물의 수용액을 혼합하여 석출시킨 후 이를 기상의 형광체 원료 물질과 열처리하여 반응시켜 발광 중심을 첨가한 나노 입자 형광체를 제조하여 기판에 부착시키는 화학적인 방법과, (x) 이온주입(Ion Implantation)공정을 응용하여 가속 전압과 기판의 온도 조절하여 기판 내에 원하는 금속 입자를 형성, 그 분포까지 정확하게 조절하는 방법 등이 제시되고 있다.

<10> 그러나, 상기 종래의 양자점 형성방법들은 입자의 정확한 분포 상태 제어, 분사된 막의 정확한 두께 조절이 힘들며 공정이 복잡하여 생산성(Throughput)이 떨어지거나 제조단가가 높다는 문제점이 있었다.

<11> 또한 상기 종래의 양자점 형성방법들 중 화학적 접근 방법에 있어서는 수용액이나 스프레이 분사방식을 사용하여 나노 입자를 제조 시 나노 입자의 응결, 소결 및 열처리에 따른 벌크화로 인하여 입자의 응집 현상을 극복하기 위하여 다양한 촉매 및 첨가제가 필요하다는 문제점과 공정의 수율(Yield)이 낮다는 문제점도 있었다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<12> 본 발명의 목적은, 상기 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 나노 영역의 크기를 가지며 동시에 균일한 크기 분포를 가지는 금속 산화물 양자점을 제조함에 있다.

<13> 본 발명의 또 다른 목적은, 열처리 조건, 용매의 비율, 절연층의 두께를 조절하여 생성되어지는 나노 입자의 크기를 제어함에도 있다.

<14> 본 발명의 또 다른 목적은, 금속 박막의 두께를 조절, 다층박막으로 제조, 용매의 종류와 양을 조절, 미리 금속과 전구체를 반응시키는 방법들에 의하여 생성되는 양자점들의 밀도를 제어함에도 있다.

<15> 본 발명의 또 다른 목적은, 용이하게 극미세 및 균일한 양자점을 형성함에도 있다.

【발명의 구성 및 작용】

<16> 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명은, 양자점 형성방법에 관한 것으로서, (a) 금속박막층(2)을 기판(1) 상에 증착하는 단계; (b) 상기 기판(1) 상에 증착된 금속박막층(2) 위에 절연체전구체(3)를 코팅하여 형성하는 단계; 및 (c) 상기 금속박막층(2) 및 절연체전구체(3)가 순차적으로 적층된 기판(1)을 관상로에서 단계적으로 최고온도가 200℃ 내지 500℃가 되도록 열처리하여 금속산화물 양자점(4)을 형성하는 단계; 를 포함한다.

<17> 바람직하게는 상기 금속박막층(2)의 금속은 구리(Cu), 아연(Zn), 주석(Sn), 코발트(Co), 철(Fe), 카드뮴(Cd), 인듐(In), 니켈(Ni), 텅스텐(W), 비스무트(Bi)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 한다.

<18> 또한 바람직하게는 상기 절연체전구체는 폴리아믹산 및 아크릴릭산 중 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 한다.

<19> 또한 바람직하게는 상기 (c) 단계 이전에 상기 금속박막층(2) 및 절연체전구체(3)가 순차적으로 적층된 기판(1)을 80℃ 내지 150℃로 중간 열처리를 수행하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

- <20> 또한 바람직하게는 상기 (a) 단계이전에, 절연체전구체(3)와 용매(NMP)를 혼합한 용액을 상기 기판(1) 상에 스핀 코팅 방법으로 증착한 후, 80℃ 내지 150℃로 제 2 중간 열처리를 수행하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <21> 이하, 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법을 각각의 공정별로 도 1(a) 내지 도 5 를 참조하여 상세하게 설명하면 다음과 같다.
- <22> 도 1(a) 내지 도 1(c)는 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법의 각 공정을 나타내는 단면도이고, 도 2 은 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 구리산화물 양자점의 실제 사진도이고, 도 3 는 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 아연산화물 양자점의 실제 사진도이고, 도 4 는 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 철산화물 양자점의 실제 사진도이며, 도 5 은 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 주석산화물 양자점의 실제 사진도이다.
- <23> [제 1 공정] 금속박막층 증착 단계.
- <24> 기판(1)을 TCE(Trichloroethylene), 아세톤, 메탄올로 상기 기판(1) 상에 있는 불순물들을 제거하기 위하여 각각 5분간 초음파 세척을 실시한 후, 상기 도 1(a) 에 도시한 바와 같이 절연체전구체와 반응할 수 있는 금속박막층(2)을 상기 기판(1) 상에 물리기상증착법 또는 화학 기상증착법을 이용하여 증착한다.
- <25> 상기 증착되는 금속박막층(2)의 두께는 원하는 양자점의 밀도와 전구체의 반응성에 따라 상이할 수 있으나 일반적으로 50 nm 이하로 함이 바람직하다.
- <26> 본 실시예에서 상기 금속박막층(2)은 구리(Cu)를 이용하여 상기 기판(1) 상에 증착한 박막층이나, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아닌 바 아연(Zn), 주석(Sn), 철(Fe), 카드뮴(Cd),

인듐(In), 코발트(Co), 니켈(Ni), 텅스텐(W), 비스무트(Bi)를 이용하여 상기 기판(1) 상에 증착할 수도 있다.

<27> [제 2 공정] 절연체전구체 형성 단계.

<28> 상기 기판(1) 상에 증착된 금속박막층(2) 위에 상기 도 1(b)에 도시된 바와 같이, 절연체전구체를 스핀 코팅의 방법을 이용하여 얇게 형성한다.

<29> 상기 절연체전구체는 상기 구리, 아연, 주석, 철, 카드뮴, 인듐, 니켈, 텅스텐, 비스무트 등으로 구성된 상기 금속박막층(2)과 흡열반응을 하여 금속산화물을 석출되게 하는 기능을 수행하는 바, 본 실시예에서는 폴리아믹산을 절연체전구체로서 사용하였으나 본 발명이 이에 한정되는 것은 아닌 바, 아크릴릭산 등의 산성전구체를 상기 절연체전구체로서 사용할 수도 있다.

<30> [제 3 공정] 중간 열처리 단계.

<31> 상기 제 1 공정 및 제 2 공정에 의하여 상기 금속박막층(2) 및 절연체전구체(3)가 순차적으로 적층된 기판(1)을 80℃ 내지 150℃로 중간 열처리를 수행한다.

<32> 상기 중간 열처리에 의하여 용매는 증발되어 양자점이 더욱 균질하게 된다.

<33> [제 4 공정] 열처리 단계.

<34> 상기 제 3 공정인 중간 열처리 단계를 거친 상기 금속박막층(2) 및 절연체전구체(3)가 순차적으로 적층된 기판(1)을 질소 분위기의 관상로에서 단계적으로 최고온도가 200℃ 내지 500℃, 바람직하게는 300℃ 내지 400℃가 되도록 열처리하여 상기 도 1(c)에 도시된 바와 같이, 금속산화물을 석출하여 양자점(4)을 형성한다.

- <35> 본 발명의 일실시예에 따른 금속산화물에 의한 양자점(4)은 도 2 및 도 3 에 도시된 바와 같이, 구리산화물과 아연산화물인 경우 10nm 이하의 크기로 분포하고 있음을 알 수 있고, 도 4 및 도 5 에 도시된 바와 같이, 철산화물인 경우 10nm, 주석산화물인 경우 20nm 이하의 크기로 분포하고 있음을 알 수 있다.
- <36> 본 발명의 또 다른 일실시예에 따른 양자점 형성방법을 도 6 을 참조하여 설명하면 다음과 같다.
- <37> 도 6 는 본 발명의 또 다른 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 형성된 다층박막의 단면도이다.
- <38> 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법에 의하여 생성되는 금속 산화물 양자점(4)의 밀도를 조절하기 위하여, 상기 제 1 공정을 수행하기 전에, 폴리아믹산과 용매(NMP)를 혼합한 용액을 상기 기판(1) 상에 스핀코팅 방법으로 피복한 후, 80℃ 내지 150℃의 오븐에서 제 2 중간 열처리 단계를 수행한다.
- <39> 상기 제 2 중간 열처리 단계를 수행한 후, 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 형성방법의 제 1 공정 내지 제 4 공정을 수행함으로써 양자점(4)의 균질도 및 밀도를 더욱 일정하게 형성할 수 있게 된다.
- <40> 본 발명에 의해 형성되는 금속산화물 입자들은 다음의 표 1 에 예시된 바와 같이, 반도체이므로 나노 반도체 양자점이 분산된 유전체는 광소자, 광전 소자 등에 응용이 가능하다. 또한 본 발명에서 제공되는 결과는 신기능을 구현할 수 있는 초고속 광신호 처리소자, 차세대 광자 변조기, 광검출기, 광자도파로 집적 소자, 고효율 정보통신 부품 등에 활용할 수 있을 것이다.

<41> 【표 1】

	Cu ₂ O	ZnO	Fe ₂ O ₃	SnO ₂	CdO	CoO	Bi ₂ O ₃	NiO
밴드갭(eV)	2.1	3.2	3.1	3.54	2.1	4.0	2.8	4.2

<42> 이상에서 설명한 본 발명은, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 있어 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 여러 가지 치환, 변형 및 변경이 가능하므로 전술한 실시예에 한정되는 것이 아니다.

【발명의 효과】

<43> 상기와 같은 본 발명에 의하면, 금속산화물의 양자점의 크기, 밀도, 균질도를 간단히 제어할 수 있는 효과가 있다.

<44> 또한 본 발명에 의하면, 반도체 성질을 가진 금속산화물을 이용하여 반도체로서 이용 가능한 바, 피복 및 증착방법이 단순하여 대면적 및 다층구조를 가지는 반도체를 제조할 수 있는 효과도 있다.

<45> 그리고, 본 발명에 의하면, 패터닝이 형성된 금속박막층 위에 절연체전구체를 피복하여 원하는 부분에만 금속산화물 양자점을 형성할 수 있는 효과도 있다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

양자점 형성방법에 있어서,

(a) 금속박막층(2)을 기판(1) 상에 증착하는 단계;

(b) 상기 기판(1) 상에 증착된 금속박막층(2) 위에 절연체전구체(3)를 코팅하여 형성하는 단계; 및

(c) 상기 금속박막층(2) 및 절연체전구체(3)가 순차적으로 적층된 기판(1)을 관상로에서 단계적으로 최고온도가 200℃ 내지 500℃가 되도록 열처리하여 금속산화물 양자점(4)을 형성하는 단계; 를 포함하는 양자점 형성방법.

【청구항 2】

제 1 항에 있어서,

상기 금속박막층(2)의 금속은 구리(Cu), 아연(Zn), 주석(Sn), 코발트(Co), 철(Fe), 카드뮴(Cd), 인듐(In), 니켈(Ni), 텅스텐(W), 비스무트(Bi)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 양자점 형성방법,

【청구항 3】

제 1 항에 있어서,

상기 절연체전구체는 폴리아믹산 및 아크릴릭산 중 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 양자점 형성방법.

【청구항 4】

제 1 항에 있어서,

상기 (c) 단계 이전에

상기 금속박막층(2) 및 절연체전구체(3)가 순차적으로 적층된 기판(1)을 80℃ 내지 150℃로 중간 열처리를 수행하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 양자점 형성방법.

【청구항 5】

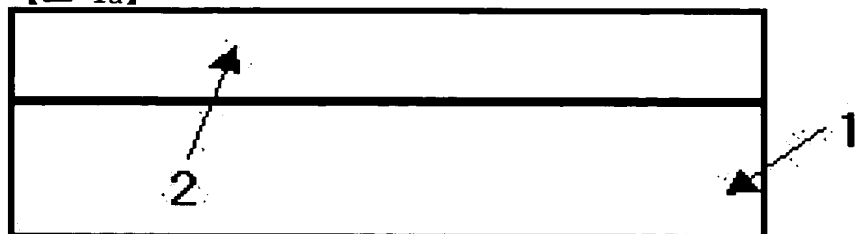
제 1 항에 있어서,

상기 (a) 단계이전에,

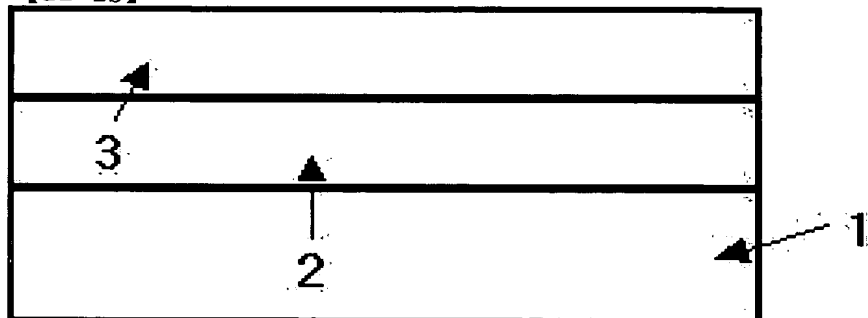
절연체전구체(3)와 용매(NMP)를 혼합한 용액을 상기 기판(1) 상에 스핀 코팅 방법으로 증착한 후, 80℃ 내지 150℃로 제 2 중간 열처리를 수행하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 양자점 형성방법.

【도면】

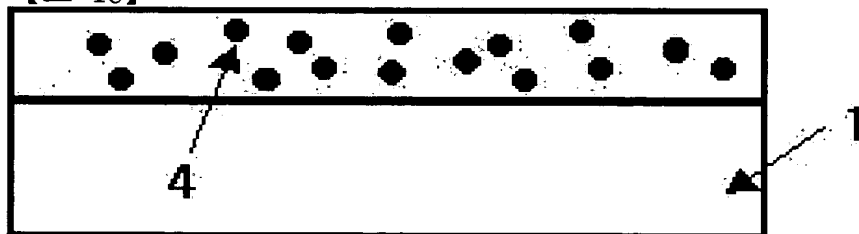
【도 1a】



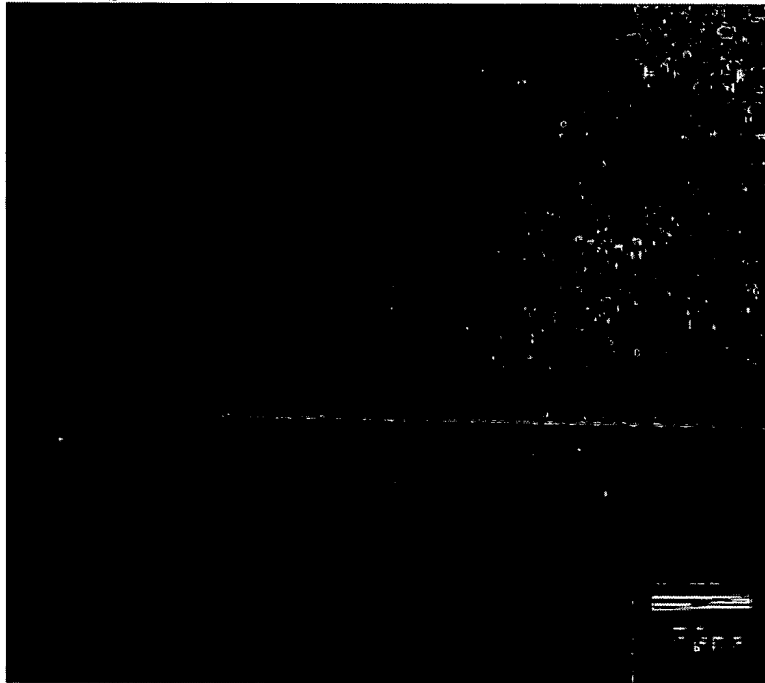
【도 1b】



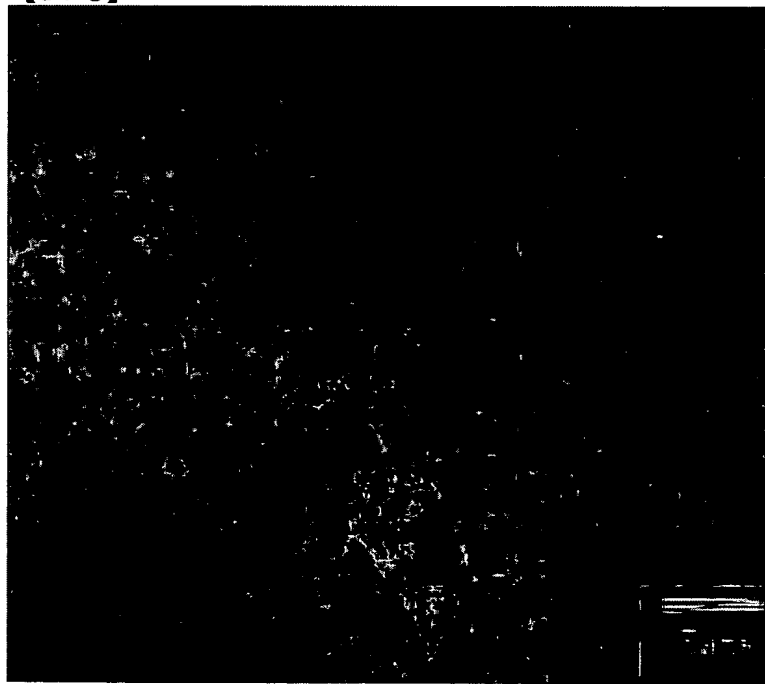
【도 1c】



【도 2】



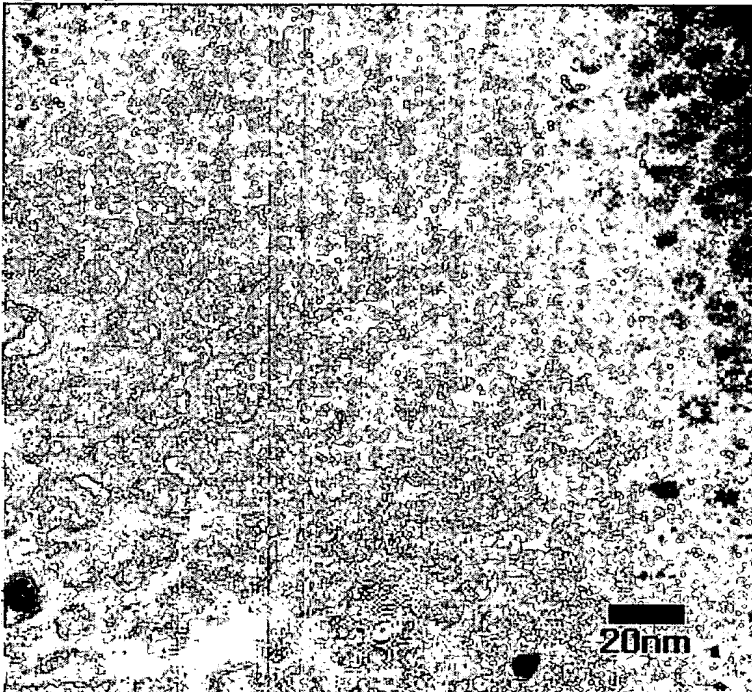
【도 3】



【도 4】



【도 5】





【도 6】

